

## SURFACE-TREATED CALCIUM CARBONATE PRODUCT AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

**Publication number:** JP2001181532 (A)

**Also published as:**

**Publication date:** 2001-07-03

JP3593627 (B2)

**Inventor(s):** SHIKURA TAKAHIRO; ARISAWA AKIZO

**Applicant(s):** KONISHI CO LTD

**Classification:**

- international: C09K3/10; C08K9/00; C08L101/00; C09C1/02; C09J175/04;  
C09J183/04; C09J201/00; C09K3/10; C08K9/00; C08L101/00;  
C09C1/02; C09J175/04; C09J183/00; C09J201/00; (IPC1-  
7): C09J175/04; C09K3/10; C09C1/02; C08K9/00

- European:

**Application number:** JP19990373335 19991228

**Priority number(s):** JP19990373335 19991228

### Abstract of JP 2001181532 (A)

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a product containing a surface-treated calcium carbonate powder having low water content. **SOLUTION:** This product is prepared by sealing a composition prepared by homogeneously mixing a surface-treated calcium carbonate powder with a dehydrating agent power into a bag formed from an airtight material. Water contained in the calcium carbonate powder is removed by the dehydrating agent powder; therefore, the calcium carbonate powder is dried merely by allowing the product to stand for a suitable time. This product is obtained by subjecting a calcium carbonate powder to a surface treatment, drying the powder, mixing it with a dehydrating agent powder, and sealing the mixture into a bag formed from an airtight material.; When the calcium carbonate powder in this product is compounded as a thixotropic agent or a filler into a one-component moisture-curable resin composition, the resin composition is prevented from curing during its storage because of the low water content of the calcium carbonate powder.

---

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-181532

(P2001-181532A)

(43) 公開日 平成13年7月3日 (2001.7.3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>  
C 0 9 C 1/02  
C 0 8 K 9/00  
C 0 8 L 101/00  
C 0 9 J 201/00  
// C 0 9 J 175/04

識別記号

F I  
C 0 9 C 1/02  
C 0 8 K 9/00  
C 0 8 L 101/00  
C 0 9 J 201/00  
175/04

マーク(参考)  
4 H 0 1 7  
4 J 0 0 2  
4 J 0 3 7  
4 J 0 4 0

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平11-373335

(22) 出願日 平成11年12月28日 (1999.12.28)

(71) 出願人 000105648  
コニシ株式会社  
大阪府大阪市中央区道修町1丁目6番10号  
(72) 発明者 四倉 隆弘  
大阪府大阪市鶴見区鶴見4丁目7-9 コ  
ニシ株式会社大阪研究所内  
(72) 発明者 有澤 彰三  
大阪府大阪市鶴見区鶴見4丁目7-9 コ  
ニシ株式会社大阪研究所内  
(74) 代理人 100089152  
弁理士 奥村 茂樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 表面処理炭酸カルシウム製品及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 水分含有率の低い表面処理炭酸カルシウム粉末を含む製品を提供する。

【解決手段】 この製品は、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合してなる組成物を、気密性素材で構成された袋に封入してなるものである。表面処理炭酸カルシウム粉末が含有している水分は、脱水剤粉末によって、除去される。従って、この製品を適当な時間放置しておくだけで、表面処理炭酸カルシウム粉末を乾燥しうる。この製品は、炭酸カルシウム粉末に表面処理を施した後、乾燥し、次いで直ちに脱水剤粉末と混合し、気密性素材で構成された袋に封入することによって得られる。

【効果】 この製品中の表面処理炭酸カルシウム粉末を、一液湿気硬化型樹脂組成物の摺变剤或いは充填剤として配合すれば、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率が低いので、一液湿気硬化型樹脂組成物が貯蔵中に硬化することを防止しうる。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合してなる組成物を、気密性素材で構成された袋に封入してなることを特徴とする表面処理炭酸カルシウム製品。

【請求項2】 炭酸カルシウム粉末に表面処理を施して表面処理炭酸カルシウム粉末を得、次いで乾燥後、直ちに脱水剤粉末と混合し、気密性素材で構成された袋に封入することを特徴とする表面処理炭酸カルシウム製品の製造方法。

【請求項3】 表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合して、気密性素材で構成された袋に封入することを特徴とする表面処理炭酸カルシウム粉末の乾燥方法。

【請求項4】 請求項1記載の表面処理炭酸カルシウム製品を開封して、取り出した表面処理炭酸カルシウム粉末を配合してなる一液湿気硬化型樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、主として接着剤やシーリング材等として用いられる樹脂組成物中に、搖変剤或いは充填剤として配合される表面処理炭酸カルシウム粉末に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】土木建築分野等で用いられる接着剤やシーリング材中には、多くの場合、搖変剤或いは充填剤が配合されている。これは、接着剤等の塗布される面が水平面にならないことが多い、主として接着剤等の垂れを防止するためである。搖変剤或いは充填剤としては、コロイド状シリカや炭酸カルシウム粉末等が用いられているが、近年、表面処理炭酸カルシウム粉末が重宝されている。

【0003】表面処理炭酸カルシウム粉末は、炭酸カルシウム粉末表面を脂肪酸エステルや脂肪酸塩等で処理したものであり、接着剤等として用いられる樹脂組成物中で凝集しにくく、均一に分散しやすいものである。従って、接着剤等の接着性を阻害することなく、良好な搖変性を与えるものとして好まれており、接着剤等として用いられている一液湿気硬化型樹脂組成物又は二液混合硬化型樹脂組成物に、盛んに配合されている。

【0004】しかしながら、二液混合硬化型樹脂組成物に表面処理炭酸カルシウム粉末を配合する場合には殆ど問題は生じないが、一液湿気硬化型樹脂組成物中に配合する場合には、以下のような問題があった。即ち、表面処理炭酸カルシウム粉末を一液湿気硬化型樹脂組成物中に配合すると、貯蔵中に、増粘したりゲル化するという問題があったのである。これは、表面処理炭酸カルシウム粉末は、通常の乾燥を行っても、なお水分を2000 ppm以上含有していることが多く、この水分によって、一液湿気硬化型樹脂組成物が硬化するからであ

2

る。

【0005】このため、表面処理炭酸カルシウム粉末を一液湿気硬化型樹脂組成物中に配合する場合には、共沸や加熱減圧等の手段で、脱水処理してから配合することが行われていた。また、配合した後、加熱減圧等の手段で、組成物全体を脱水することも行われている。しかしながら、いずれの手段も、共沸設備や加熱減圧設備等の特殊な設備を必要とし、一液湿気硬化型樹脂組成物の製造が合理的に行えないという感覚があった。

## 10 【0006】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明者等は、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率を一液湿気硬化型樹脂組成物が硬化を起こさない程度、即ち、少なくとも水分含有率を1500 ppm以下に低減させるべく、種々検討を行っていたところ、予期せぬことに、表面処理炭酸カルシウム粉末を脱水剤粉末と均一に混合し、気密性袋に封入し、ある程度の時間放置しておくと、水分含有率を1500 ppm以下に低減しうることを発見した。本発明は、このような発見に基づいてなされたものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明は、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合してなる組成物を、気密性素材で構成された袋に封入してなることを特徴とする表面処理炭酸カルシウム製品及びその製造方法に関するものである。

【0008】本発明で用いる表面処理炭酸カルシウム粉末は、従来公知のものであれば良い。具体的には、脂肪酸エステル、脂肪酸塩、硫酸エステル型陰イオン界面活性剤、スルホン酸型陰イオン界面活性剤等で、その表面が処理された炭酸カルシウム粉末が用いられる。表面処理炭酸カルシウム粉末の粒径も、従来公知の範囲であれば良い。一般的には、0.01~30 μmの範囲内において適宜の粒度分布を持つものが用いられる。

【0009】本発明で用いる脱水剤粉末としては、従来、脱水剤として使用されている物質を粉碎してなるものであれば、任意のものが用いられる。具体的には、化学的に水を吸着する酸化カルシウム粉末や金属酸化物粉末等、又は物理的に水を吸着するゼオライト粉末やシリカゲル粉末等が用いられる。脱水剤粉末の粒径も任意であるが、表面処理炭酸カルシウム粉末となるべく均一に混合させるためには、表面処理炭酸カルシウム粉末と同程度の粒度分布を持つものが好ましい。しかしながら、後で脱水剤粉末と表面処理炭酸カルシウム粉末とを選別する必要があるとき、即ち、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末を両者共に湿気硬化型樹脂に配合すると、脱水剤粉末中の水分で湿気硬化型樹脂が硬化する恐れがあるときは、全く異なった粒度分布を持つものが好ましい。異なった粒度分布を持っていれば、両者を篩分けの手段で選別しうるからである。

40 【0010】本発明で用いる脱水剤粉末としては、従来、脱水剤として使用されている物質を粉碎してなるものであれば、任意のものが用いられる。具体的には、化学的に水を吸着する酸化カルシウム粉末や金属酸化物粉末等、又は物理的に水を吸着するゼオライト粉末やシリカゲル粉末等が用いられる。脱水剤粉末の粒径も任意であるが、表面処理炭酸カルシウム粉末となるべく均一に混合させるためには、表面処理炭酸カルシウム粉末と同程度の粒度分布を持つものが好ましい。しかしながら、後で脱水剤粉末と表面処理炭酸カルシウム粉末とを選別する必要があるとき、即ち、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末を両者共に湿気硬化型樹脂に配合すると、脱水剤粉末中の水分で湿気硬化型樹脂が硬化する恐れがあるときは、全く異なった粒度分布を持つものが好ましい。異なった粒度分布を持っていれば、両者を篩分けの手段で選別しうるからである。

【0010】表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末との混合割合は、表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、脱水剤粉末が1～30重量部であるのが好ましい。特に、5～15重量部であるのがより好ましく、6～10重量部であるのが最も好ましい。脱水剤粉末が1重量部未満になると、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率を1500 ppm以下に低減にくくなる傾向が生じる。また、脱水剤粉末が30重量部を超えると、得られる湿気硬化型樹脂組成物の特性に悪影響を与える場合がある。ここで、水分含有率とは、以下の方法で測定及び算出されるものである。即ち、測定しようとする表面処理炭酸カルシウム粉末の重量をwとしたとき、これを共沸して絶乾状態の重量w<sub>0</sub>を求め、[(w-w<sub>0</sub>)/w]×100の式で算出されるのが、水分含有率である。表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とは、どの時点で混合しても差し支えないが、最も好ましいのは、表面処理炭酸カルシウム粉末を製造した直後である。即ち、炭酸カルシウムに表面処理を施して表面処理炭酸カルシウム粉末を得、次いで乾燥後、直ちに脱水剤粉末と混合するのが、最も好ましい。この時点は、表面処理炭酸カルシウム粉末が乾燥された直後であり、水分含有率が最も少なくなっているからである。

【0011】表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とが均一に混合された組成物は、気密性素材で構成された袋に封入される。気密性素材としては、水が容易に侵入しない程度のもので良く、具体的には、アルミニウム箔等の金属箔、ポリエチレンフィルム等の合成樹脂製フィルム、合成樹脂製フィルムにアルミニウム等の金属を蒸着した蒸着フィルム、合成樹脂製フィルムと紙との積層体、クラフト紙等が用いられる。気密性素材で袋を形成するには、気密性素材を折り曲げ又は重ね合わせ、その周囲を縫着すれば良い。そして、袋の口へ、組成物を投入した後、袋の口を紐や弹性糸で緊締すれば、容易に封入することができる。なお、周囲の縫着部や袋の口の緊締部から、若干の水蒸気を侵入はあるが、このような水蒸気の侵入は、本発明において差し支えない程度である。

【0012】以上のようにして封入された表面処理炭酸カルシウム製品は、倉庫に保管された後、転々と輸送され、需要者に提供される。そして、需要者側で保管しておき、必要に応じて開封して、一液湿気硬化型樹脂組成物等の製造に使用することになる。従って、表面処理炭酸カルシウム製品が製造された後、需要者側で使用するまでには、少なくとも2日乃至数ヶ月を要することになる。この期間に、脱水剤粉末が表面処理炭酸カルシウム粉末中に含有されている水分を吸収し、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率が低減するのである。即ち、表面処理炭酸カルシウム粉末の製造者から、需要者側に提供され使用されるまでの期間が、表面処理炭酸カルシウム粉末の乾燥に供せられるということになる。従つ

て、本発明は、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合して、気密性素材で構成された袋に封入するという、表面処理炭酸カルシウム粉末の乾燥方法と把握することもできる。

【0013】需要者に提供された本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品は、開封され、脱水剤粉末と共に或いは脱水剤粉末を選別した後、表面処理炭酸カルシウム粉末が湿気硬化型樹脂に配合され、一液湿気硬化型樹脂組成物が製造されるのである。脱水剤粉末がその内部に水分を化学的に吸着しており、湿気硬化型樹脂を硬化させる恐れがないときは、脱水剤粉末と共に表面処理炭酸カルシウム粉末を配合し、一液湿気硬化型樹脂組成物を製造すれば良い。また、脱水剤粉末に吸着された水分が、湿気硬化型樹脂を硬化させる恐れがあるときは、脱水剤粉末を選別して、表面処理炭酸カルシウム粉末だけを配合し、一液湿気硬化型樹脂組成物を製造すれば良い。一液湿気硬化型樹脂組成物中への表面処理炭酸カルシウム粉末の配合割合は、湿気硬化型樹脂100重量部に対して、50～1000重量部程度で良い。本発明に係る製品中の表面処理炭酸カルシウム粉末は、脱水剤によって十分に脱水され、水分含有率が1500 ppm以下となっているので、一液湿気硬化型樹脂組成物中に配合しても、貯蔵中に硬化していく、従って、一液湿気硬化型樹脂組成物の増粘やゲル化を防止しうるのである。なお、一液湿気硬化型樹脂組成物としては、变成シリコーン樹脂やポリウレタン樹脂等を含むものが用いられ、土木建築、自動車、電子機器等の各種分野において、接着剤或いはシーリング材或いは塗料として、用いられる。また、以上、主として一液湿気硬化型樹脂組成物に関する説明したが、本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品中の表面処理炭酸カルシウム粉末は、二液硬化型樹脂組成物等にも変更剤として或いは充填剤として使用しうるものである。

【0014】  
【実施例】以下、実施例に基づいて、本発明を説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。本発明は、表面処理炭酸カルシウム粉末を脱水剤粉末と均一に混合し、気密性袋に封入しておくと、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率を1500 ppm以下に低減でき、湿気硬化型樹脂に配合したときでも、貯蔵における湿気硬化型樹脂の硬化を防止しうるという発見に基づくものとして、理解されるべきである。

【0015】実施例1  
まず、神島化学工業株式会社製の脂肪酸系表面処理炭酸カルシウム粉末（商品名：カルシーズPLS505）を準備した。この表面処理炭酸カルシウム粉末は、その平均粒径が0.1 μmであり、水分含有率は3000 ppmのものであった。この表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、脱水剤粉末として酸化カルシウム粉末（平均粒径は約0.1 μm）7重量部を均一に混合

した後、アルミニウム箔で形成された袋に収納し、袋の口をヒートシールして密封し、表面処理炭酸カルシウム製品を得た。そして、これを一ヶ月放置しておいたところ、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有量は800 ppmとなっており、2200 ppmに相当する水分が\*

スミジュールE 21-2  
スタンBL  
表面処理炭酸カルシウム粉末  
フタル酸ジオクチル

ここで、スミジュールE 21-2は、住友バイエルウレタン株式会社製のウレタンプレポリマーであり、末端イソシアネート基(NCO)の含有量は9.0重量%で、粘度は4 Pa·s(23°C)である。スタンBLは、三共有機合成株式会社製の錫触媒であり、ウレタンプレポリマーの重合触媒である。

#### 【0017】実施例2

実施例1で用いた表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、脱水剤粉末として合成ゼオライト粉末(カリウムナトリウムアルミニノケイ酸塩型で、平均粒径は3オングストロームである。)7重量部を均一に混合した後、アルミニウム箔で形成された袋に収納し、袋の口を紐で縛って、表面処理炭酸カルシウム製品を得た。そして、これを一ヶ月放置しておいたところ、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有量は900 ppmとなっており、2100 ppmに相当する水分が酸化カルシウム粉末に吸着されたことになる。上記した一ヶ月放置後の表面処理炭酸カルシウム粉末(脱水剤粉末を含む。)を取り出し、これを用いて、実施例1と同様の組成の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

#### 【0018】比較例1

\*酸化カルシウム粉末に吸着されたことになる。

【0016】上記した一ヶ月放置後の表面処理炭酸カルシウム粉末(脱水剤粉末を含む。)を取り出し、これを用いて以下の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

100重量部  
0.02重量部  
107重量部  
30重量部

10※実施例1で用いた表面処理炭酸カルシウム粉末(カルシーズPLS505)107重量部を、そのまま用い(即ち、脱水剤粉末と混合することなく、)、実施例1と同様の組成の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

#### 【0019】比較例2

実施例1で用いた表面処理炭酸カルシウム粉末(カルシーズPLS505)100重量部と、実施例1で用いた酸化カルシウム粉末7重量部とを、アルミニウム箔製の袋で混合することなく、一液湿気硬化型樹脂組成物の製造時に混合した他は、実施例1と同様の組成の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

20【0020】実施例1及び2、比較例1及び2で得られた一液湿気硬化型樹脂組成物の粘度、及びこの一液湿気硬化型樹脂組成物をアルミパックで充填密閉して、常温で所定期間貯蔵した後の粘度を測定したところ、表1に示す結果が得られた。従って、実施例1及び2に係る一液湿気硬化型樹脂組成物は、比較例1及び2に係るものに比べて、貯蔵安定性が良好であることが分かる。なお、粘度は、23°Cの条件下で測定した。

#### 【0021】

※30 【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
スミジュールE 21-2	100	100	100	100
スタンBL	0.02	0.02	0.02	0.02
表面処理炭酸カルシウム粉末 (脱水剤粉末を含む。)	107	107		
表面処理炭酸カルシウム粉末 (脱水剤粉末を含まない。)			107	100
酸化カルシウム粉末				7
フタル酸ジオクチル	30	30	30	30
粘度(Pa·s) (23°Cの条件下で 測定)	製造直後	160	170	450
	1週間後	160	175	ゲル化
	1ヶ月後	175	190	ゲル化
	3ヶ月後	180	190	
	6ヶ月後	180	190	

#### 【0022】実施例3

酸化カルシウム粉末の混合割合を、表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、5重量部とした他は、実施例1と同様にして表面処理炭酸カルシウム製品を得、実施例1と同様にして一液湿気硬化型樹脂組成物を

得た。この貯蔵安定性を実施例1と同様にして評価したところ、ほぼ同様の結果が認められた。

#### 【0023】実施例4

酸化カルシウム粉末の混合割合を、表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、3重量部とした他は、

実施例1と同様にして表面処理炭酸カルシウム製品を得、実施例1と同様にして一液湿気硬化型樹脂組成物を得た。この貯蔵安定性を実施例1と同様にして評価したところ、ほぼ同様の結果が認められた。

## 【0024】実施例5

\*

エポキシ樹脂  
エポキシ樹脂用硬化剤  
变成シリコーン樹脂  
变成シリコーン樹脂用触媒  
表面処理炭酸カルシウム粉末

ここで、エポキシ樹脂としては、油化シェルエポキシ製の商品名エビコート828を用いた。エポキシ樹脂用硬化剤としては、油化シェルエポキシ製の商品名H-30を用いた。变成シリコーン樹脂としては、鐘淵化学工業製の商品名MSボリマー303を用いた。变成シリコーン樹脂用触媒としては、ジブチル錫化合物（三共有機合成製、商品名スタンNo. 918）を用いた。

【0025】この一液湿気硬化型樹脂組成物の貯蔵安定性を、実施例1と同様の方法で評価したところ、殆ど増粘が認められなかった。

## 【0026】

【発明の効果】本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品を用いれば、その製品中の表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率は、通常市販されているものに比べて、※

\*実施例2で得られた、一ヶ月放置後の表面処理炭酸カルシウム粉末（脱水剤粉末を含む。）を取り出し、これを用いて、下記組成の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

100重量部  
40重量部  
100重量部  
2重量部  
300重量部

※半分以下程度に低減されている。従って、この表面処理炭酸カルシウム粉末を用いて、一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した場合、貯蔵中に硬化しにくいため、貯蔵安定性に優れるという効果を奏する。

【0027】また、本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品を用いれば、表面処理炭酸カルシウム粉末から水分を脱水する工程、例えば共沸工程等が不要になる。従って、一液湿気硬化型樹脂組成物の製造を合理化しうるという効果も奏する。

20 【0028】なお、以上主として、本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品を、一液湿気硬化型樹脂組成物を製造する際に用いる場合を説明したが、二液混合硬化型樹脂組成物或いはその他の各種組成物を製造する場合にも、攪拌剤或いは充填剤として用いられるものである。

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>  
C 0 9 J 183/04  
C 0 9 K 3/10

## 識別記号

F I  
C 0 9 J 183/04  
C 0 9 K 3/10

テーマコード（参考）  
Q  
L  
G

F ターム(参考) 4H017 AA22 AA24 AA25 AA27 AB08  
AB15 AC04 AC05 AC19 AD06  
AE03  
4J002 CK021 CP031 DE236 FB076  
FD016 FD336 GJ01 GJ02  
GL00 GN00 GQ00  
4J037 AA10 CB09 CB10 CB21 DD05  
EE02 EE28 EE35 FF23  
4J040 EF001 EK031 HA196 HB23  
HB30 HD12 HD13 JB04 KA07  
KA25 KA27 KA38 KA42 KA43  
LA03 LA05

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-181532  
(43)Date of publication of application : 03.07.2001

---

(51)Int.Cl. C09C 1/02  
C08K 9/00  
C08L101/00  
C09J201/00  
// C09J175/04  
C09J183/04  
C09K 3/10

---

(21)Application number : 11-373335 (71)Applicant : KONISHI CO LTD  
(22)Date of filing : 28.12.1999 (72)Inventor : SHIKURA TAKAHIRO  
ARISAWA AKIZO

---

## (54) SURFACE-TREATED CALCIUM CARBONATE PRODUCT AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a product containing a surface-treated calcium carbonate powder having low water content.

**SOLUTION:** This product is prepared by sealing a composition prepared by homogeneously mixing a surface-treated calcium carbonate powder with a dehydrating agent powder into a bag formed from an airtight material. Water contained in the calcium carbonate powder is removed by the dehydrating agent powder; therefore, the calcium carbonate powder is dried merely by allowing the product to stand for a suitable time. This product is obtained by subjecting a calcium carbonate powder to a surface treatment, drying the powder, mixing it with a dehydrating agent powder, and sealing the mixture into a bag formed from an airtight material. When the calcium carbonate powder in this product is compounded as a thixotropic agent or a filler into a one-component moisture-curable resin composition, the resin composition is prevented from curing during its storage because of the low water content of the calcium carbonate powder.

## \* NOTICES \*

JPO and INPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## CLAIMS

## [Claim(s)]

[Claim 1]Surface treatment calcium carbonate products which enclose a constituent which mixes uniformly surface treatment calcium carbonate powder and dehydrator powder with a bag which comprised an airtight raw material, and are characterized by things.

[Claim 2]A manufacturing method of surface treatment calcium carbonate products enclosing with a bag which performed a surface treatment to calcium carbonate powder, obtained surface treatment calcium carbonate powder, was subsequently promptly mixed with dehydrator powder after desiccation, and comprised an airtight raw material.

[Claim 3]A drying method of surface treatment calcium carbonate powder mixing uniformly surface treatment calcium carbonate powder and dehydrator powder, and enclosing with a bag which comprised an airtight raw material.

[Claim 4]A liquid moisture curing type resin composition which opens the surface treatment calcium carbonate product according to claim 1, and blends taken-out surface treatment calcium carbonate powder.

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and WIPO are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.  
2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.  
3.In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the surface treatment calcium carbonate powder blended as a thixotropy agent or a bulking agent into the resin composition used mainly as adhesives, a sealing material, etc.

[0002]

[Description of the Prior Art] In many cases, the thixotropy agent or the bulking agent is blended into the adhesives used in the civil-engineering-and-construction field etc., or a sealing material. This is for the field where adhesives etc. are applied not being the level surface in many cases, and mainly preventing lappets, such as adhesives. As a thixotropy agent or a bulking agent, although colloidal silica, calcium carbonate powder, etc. are used, surface treatment calcium carbonate powder is convenient in recent years.

[0003] Surface treatment calcium carbonate powder processes the calcium-carbonate-powder surface with fatty acid ester, fatty acid salt, etc., and does not condense it easily in the resin composition used as adhesives etc., and it is easy to distribute it uniformly. Therefore, without checking the adhesive property of adhesives etc., it is fond as what gives good thixotropy, and is briskly blended with the 1 liquid moisture curing type resin composition or 2 liquid mixing hardening resin constituent used as adhesives etc.

[0004] However, when surface treatment calcium carbonate powder was blended with a 2 liquid mixing hardening resin constituent, a problem was hardly produced, but when blending into a 1 liquid moisture curing type resin composition, there were the following problems. That is, when surface treatment calcium carbonate powder was blended into the 1 liquid moisture curing type resin composition, the problem of having thickened or gelling was during storage. As for this, surface treatment calcium carbonate powder is because not less than 2000 ppm of moisture is contained in addition in many cases and a 1 liquid moisture curing type resin composition fully hardens the usual desiccation with this moisture as a line.

[0005] For this reason, when surface treatment calcium carbonate powder was blended into a 1 liquid moisture curing type resin composition, blending by azeotropy, scale loss pressure, or other means, after carrying out dehydrating treatment was performed. After blanding, drying the whole constituent is also performed by scale loss pressure or other means. However, any means needed special equipment of azeotropy equipment, scale loss pressure equipment, etc., and had the grudge that a 1 liquid moisture curing type resin composition could not be manufactured rationally.

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Then, the grade from which, as for this invention persons, a 1 liquid moisture curing type resin composition does not start hardening for the moisture content of surface treatment calcium carbonate powder. Namely, in order to make 1500 ppm or less reduce moisture content at least. When many things were examined, surface treatment calcium carbonate powder was mixed with dehydrator powder to homogeneity, it enclosed with the airtight bag and a certain amount of thing for which moisture content can be reduced to 1500 ppm or less if time neglect is carried out was discovered not to expect. This invention is made based on such discovery.

[Means for Solving the Problem] That is, it is related with a surface treatment calcium carbonate product which this invention encloses a constituent which mixes uniformly surface treatment calcium

carbonate powder and dehydrator powder with a bag which comprised an airtight raw material, and is characterized by things, and a manufacturing method for the same.

[0008] Surface treatment calcium carbonate powder used by this invention should be conventionally publicly known just. Calcium carbonate powder which is fatty acid ester, fatty acid salt, a sulfate ester type anionic surfactant, a sulfonic acid type anionic surfactant, etc. and by which the surface was specifically processed is used. Particle diameter of dehydrator powder contains in surface treatment calcium carbonate powder should just also be a public domain conventionally. Generally, what has proper particle size distribution within the limits of 0.01~30 micrometers is used.

[0009] Arbitrary things will be used if it comes conventionally to grind a substance currently used as a dehydrator as dehydrator powder used by this invention. Zeolite powder, silica gel powder, etc. which adsorb water physically, such as calcium oxide powder, metal oxide powder, etc. which specifically adsorb water chemically, are used. Although particle diameter of dehydrator powder is also arbitrary, in order to make it mix with surface treatment calcium carbonate powder as uniformly as possible, a thing with particle size distribution comparable as surface treatment calcium carbonate powder is preferred. However, when it is necessary to sort out dehydrator powder and surface treatment calcium carbonate powder later, That is, when both blend surface treatment calcium carbonate powder and dehydrator powder with moisture curing type resin and there is a possibility that moisture curing type resin may harden with moisture in dehydrator powder, a thing with completely different particle size distribution is preferred. It is because a means of sieving can sort out both if it has different particle size distribution.

[0010] As for the mixing ratio of surface treatment calcium carbonate powder and dehydrator powder, it is preferred that the weight section of dehydrator powder is one to 30 weight section to surface treatment calcium carbonate powder 100 weight section. It is more preferred especially that it is five to 15 weight section, and it is most preferred that it is six to 10 weight section. If dehydrator powder will be less than one weight section, a tendency to become difficult to reduce moisture content of surface treatment calcium carbonate powder to 1500 ppm or less will arise. If dehydrator powder exceeds 30 weight sections, it may have an adverse effect on the characteristic of a moisture curing type resin composition obtained. Here, moisture content is measured and computed by the following methods. That is, when weight of surface treatment calcium carbonate powder which is going to measure is set to w, azeotropy of this is carried out and weight  $w_0$  of an absolute dry condition is calculated,

$$[(w-w_0)/w] \times 100$$

Surface treatment calcium carbonate powder and dehydrator powder do not interfere, even if it mixes at which time, but immediately after most desirable one manufactures surface treatment calcium carbonate powder, they are. That is, when surface treatment is performed to calcium carbonate, surface treatment calcium carbonate powder is obtained, and, subsequently mixing with dehydrator powder promptly is most preferred after desiccation. It is at this time immediately after drying surface treatment calcium carbonate powder, and is because moisture content has decreased most.

[0011] A constituent with which surface treatment calcium carbonate powder and dehydrator powder were mixed uniformly is enclosed with a bag which comprised an airtight raw material. As an airtight raw material, water may be a grade which does not invade easily and specifically. A layered product of a deposition film, a synthetic resin film, and paper which vapor-deposited metal, such as aluminum, kraft, etc. are used for synthetic resin films, such as metallic foils, such as aluminum foil, and a polyethylene film, and a synthetic resin film. What is necessary is to bend or pile up an airtight raw material and just to sew the circumference on, in order to form a bag for an airtight raw material. And if a mouth in a bag is bound with a string or elastic yarn to it after throwing a constituent into a mouth in a bag, it can enclose with it easily. Although there is invasion about some steam from a binding part of the surrounding portion being attached by sewing or a mouth in a bag, invasion of such a steam is a grade which does not interfere in this invention.

[0012] After surface treatment calcium carbonate products enclosed as mentioned above are kept in a warehouse, they are conveyed with \*\*\* and a consumer is provided with them. And it is kept by the consumer side, it will open if needed, and will be used for manufacture of a 1 liquid moisture curing type resin composition etc. Therefore, after surface treatment calcium carbonate products are manufactured, by the time it uses it by the consumer side, two days thru/or several months will be required at least. Moisture which dehydrator powder contains in surface treatment calcium carbonate powder is absorbed, and moisture content of surface treatment calcium carbonate powder decreases

in this period. That is, a period until it uses it from a manufacturer of surface treatment calcium carbonate powder, being provided for the consumer side will say that desiccation of surface treatment calcium carbonate powder is presented. Therefore, this invention can mix uniformly surface treatment calcium carbonate powder and dehydrator powder, and can also grasp them as a drying method of surface treatment calcium carbonate powder of enclosing with a bag which comprised an airtight raw material.

[0013]surface treatment calcium carbonate products concerning this invention with which a consumer was provided are opened — dehydrator powder — or after sorting out dehydrator powder, surface treatment calcium carbonate powder is blended with moisture curing type resin, and a 1 liquid moisture curing type resin composition is manufactured. What is necessary is for dehydrator powder to adsorb moisture chemically at the inside, and to blend surface treatment calcium carbonate powder with dehydrator powder, and just to manufacture a 1 liquid moisture curing type resin composition, when there is no possibility of stiffening moisture curing type resin. What is necessary is to sort out dehydrator powder, to blend only surface treatment calcium carbonate powder, and just to manufacture a 1 liquid moisture curing type resin composition, when there is a possibility that moisture with which dehydrator powder was adsorbed may stiffen moisture curing type resin. About 50~1000 weight sections may be sufficient, as a blending ratio of surface treatment calcium carbonate powder to inside of a 1 liquid moisture curing type resin composition to moisture curing type resin 100 weight section. Surface treatment calcium carbonate powder in a product concerning this invention, Since it is fully dried and moisture content has become 1500 ppm or less with a dehydrator, even if it blends into a 1 liquid moisture curing type resin composition, it is hard to harden during storage, therefore thickening and gelling of a 1 liquid moisture curing type resin composition can be prevented. As a 1 liquid moisture curing type resin composition, a thing containing modified silicone resin, polyurethane resin, etc. is used, and it is used as adhesives, a sealing material, or a paint in various fields, such as civil engineering and construction, a car, and electronic equipment. Although a 1 liquid moisture curing type resin composition was mainly explained above, surface treatment calcium carbonate powder in surface treatment calcium carbonate products concerning this invention can be used for a 2 liquid hardening resin constituent etc. as a bulking agent as a thixotropy agent.

[0014] [Example] Hereafter, although this invention is explained based on an example, this invention is not limited to an example. If this invention mixes surface treatment calcium carbonate powder with dehydrator powder to homogeneity and it encloses with the airtight bag. Even when the moisture content of surface treatment calcium carbonate powder can be reduced to 1500 ppm or less and it blends with moisture curing type resin, I should be understood as a thing based on discovery that hardening of moisture curing type resin under storage can be prevented.

[0015] Example 1 — the fatty acid system surface treatment calcium carbonate powder by Konoshima Chemical, Inc. (trade name: calces PL505) was prepared first. That mean particle diameter of this surface treatment calcium carbonate powder is 0.1 micrometer.

Moisture content was a 3000 ppm thing.

After mixing uniformly calcium-oxide-powder (mean particle diameter is about 0.1 micrometer) 7 weight section as dehydrator powder to this surface treatment calcium-oxide-powder 100 weight section, it stored into the bag formed with aluminium foil, the mouth in a bag was heat sealed and sealed, and surface treatment calcium carbonate products were obtained. And when this is neglected for one month, it means that the moisture content of surface treatment calcium carbonate powder is 800 ppm, and calcium oxide powder was adsorbed in the moisture equivalent to 2200 ppm.

[0016] The surface treatment calcium carbonate powder (dehydrator powder is included), after the above-mentioned one month neglect was taken out, and the following 1 liquid moisture curing type resin compositions were manufactured using this.

SUMIDULE E21-2 100 weight section Surface treatment calcium carbonate powder 107 weight sections diethyl phthalate — SUMIDULE E21-2 is a urethane prepolymer by Sumitomo Beyer urethane incorporated company 30 weight section here. The content of an end isocyanate group (NCO) is 9.0 % of the weight, and viscosity is 4 Pa·s (23 \*\*).

Stan BL is a tin catalyst by Sankyo Organic Chemicals, Inc. It is a polymerization catalyst of a urethane prepolymer.

[0017] It is permutite powder (with a potassium sodium aluminosilicate type,) as dehydrator powder to surface treatment calcium-carbonate-powder 100 weight section used in example 2 Example 1. Mean particle diameter is 3 A. After mixing seven weight sections uniformly, it stored into the bag formed with aluminium foil, the mouth in a bag was bound with a string, and surface treatment calcium carbonate products were obtained. And when this is neglected for one month, it means that the moisture content of surface treatment calcium carbonate powder is 900 ppm, and calcium oxide powder was adsorbed in the moisture equivalent to 2100 ppm. The surface treatment calcium carbonate powder (dehydrator powder is included) after the above-mentioned one-month neglect was taken out, and the 1 liquid moisture curing type resin composition of the same presentation as Example 1 was manufactured using this.

[0018] the 1 liquid moisture curing type resin composition of the same presentation as Example 1 was manufactured without mixing with dehydrator powder namely, — using processing calcium-carbonate-powder (calces PL505) 107 weight section used in comparative example 1 Example 1 as it is.

[0019] Processing calcium-carbonate-powder (calces PL505) 100 weight section used in comparative example 2 Example 1, Calcium-oxide-powder 7 weight section used in Example 1 was mixed at the time of manufacture of a 1 liquid moisture curing type resin composition, without mixing with the bag made from aluminium foil, and also the 1 liquid moisture curing type resin composition of the same presentation as Example 1 was manufactured.

[0020] Restoration sealing of the viscosity of the 1 liquid moisture curing type resin composition obtained by Examples 1 and 2 and the comparative examples 1 and 2 and this 1 liquid moisture curing type resin composition was carried out by the aluminium bag, and when the viscosity after carrying out prescribed period storage at ordinary temperature was measured, the result shown in Table 1 was obtained. Therefore, the 1 liquid moisture curing type resin composition concerning Examples 1 and 2 is understood that storage stability is good compared with the thing concerning the comparative examples 1 and 2. Viscosity was measured under 23 \*\* conditions.

[0021]

[Table 1]

	実験例1	実験例2	比較例1	比較例2
ミジューE 2 1 - 2	1.0	1.0	1.0	1.0
スタンBL	0.02	0.02	0.02	0.02
表面處理カルシウム粉末 (脱水糊粉料を含む。)	1.07	1.07		
表面處理カルシウム粉末 (脱水糊粉料を含まない。)			1.07	1.00
糊化カルシウム粉末				7
フタル酸オクチル	3.0	3.0	3.0	3.0
時間 (Pa·s) (23℃の条件) 初期	1.60	1.75	0.60	7.00
1ヶ月後	1.75	1.90	0.60	
3ヶ月後	1.80	1.90		
6ヶ月後	1.80	1.90		

[0022] The mixing ratio of example 3 calcium oxide powder was made into five weight sections to surface treatment calcium-oxide-powder 100 weight section, and also surface treatment calcium carbonate products were obtained like Example 1, and the 1 liquid moisture curing type resin composition was obtained like Example 1. When this storage stability was evaluated like Example 1, the almost same result was accepted.

[0023] The mixing ratio of example 4 calcium oxide powder was made into three weight sections to surface treatment calcium-carbonate-powder 100 weight section, and also surface treatment calcium carbonate products were obtained like Example 1, and the 1 liquid moisture curing type resin composition was obtained like Example 1. When this storage stability was evaluated like Example 1, the almost same result was accepted.

[0024]The surface treatment calcium carbonate powder (dehydrator powder is included) after one-month neglect obtained in example 5 Example 2 was taken out, and the 1 liquid moisture curing type resin composition of the following presentation was manufactured using this.

Epoxy resin 100 weight sections Hardening agent for epoxy resins 40 weight sections Modified silicone resin 100 weight sections Catalyst for modified silicone resin The amount part of duplexes Surface treatment calcium carbonate powder 300 weight section here, As an epoxy resin, trade name Epicote 828 made from oil recovery shell epoxy was used. As a hardening agent for epoxy resins, the trade name H-30 made from oil recovery shell epoxy was used. As modified silicone resin, the Kaneka trade name MS polymer 303 was used. As a catalyst for modified silicone resin, the dibutyl/tin compound (the Sankyo Organic Chemicals make, trade name Stan No.918) was used.

[0025]When the same method as Example 1 estimated the storage stability of this 1 liquid moisture curing type resin composition, thickening was hardly accepted.

[0026]

[Effect of the Invention]If the surface treatment calcium carbonate products concerning this invention are used, the moisture content of the surface treatment calcium carbonate powder in the product is reduced by below half grade compared with what is usually marketed. Therefore, since it is hard to harden during storage when a 1 liquid moisture curing type resin composition is manufactured using this surface treatment calcium carbonate powder, the effect of excellingly in storage stability is done so.

[0027]If the surface treatment calcium carbonate products concerning this invention are used, the process, for example, an azeotropy process etc., of drying moisture from surface treatment calcium carbonate powder will become unnecessary. Therefore, the effect that manufacture of a 1 liquid moisture curing type resin composition can be rationalized also does so.

[0028]Above, although the case where the surface treatment calcium carbonate products concerning this invention were used when manufacturing a 1 liquid moisture curing type resin composition was explained, also when manufacturing a 2 liquid mixing hardening resin constituent or other various constituents, it can mainly use as a thixotropy agent or a bulking agent.

[Translation done.]